

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①① N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 782 316

②① N° d'enregistrement national : 98 10464

⑤① Int Cl<sup>7</sup> : C 01 B 33/12, C 03 C 25/22, 25/42

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 17.08.98.

③⑦ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 18.02.00 Bulletin 00/07.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : ALCATEL ALSTHOM COMPAGNIE  
GENERALE D'ELECTRICITE Société anonyme — FR.

⑦② Inventeur(s) : DROUART ALAIN, GOUZÉ BENOIT,  
LUMINEAU YVES, RIPOCHE PIERRE et CAMPION  
JEAN FLORENT.

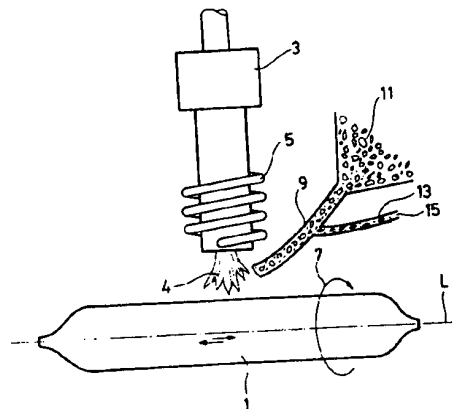
⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : COMPAGNIE FINANCIERE ALCA-  
TEL.

⑤④ PROCÉDE POUR PURIFIER DE LA SILICE NATURELLE OU SYNTHÉTIQUE ET APPLICATION AU DÉPÔT DE  
SILICE NATURELLE OU SYNTHÉTIQUE PURIFIÉE SUR UNE PRÉFORME DE FIBRE OPTIQUE.

⑤⑦ Le dépôt de silice naturelle ou synthétique comprend,  
une préforme (1), mise en rotation (7) devant une torche à  
plasma (3) qui se déplace en un mouvement de va et vient  
sensiblement parallèlement à une direction longitudinale (L)  
de la préforme (1), un conduit d'alimentation (9) pour nourrir  
le plasma en grains de silice naturelle ou synthétique (11),  
caractérisé en ce que le même conduit d'alimentation (9)  
nourrit le plasma en un composé fluoré ou chloré, de préfé-  
rence fluoré, mélangé à un gaz porteur (15).

Du sodium ou du lithium contenus dans des grains de si-  
lice naturelle ou synthétique réagissent avec le fluor ou le  
chlore du composé fluoré ou chloré, ce qui permet d'aug-  
menter, à moindre coût, la qualité optique des fibres rechar-  
gées par de la silice naturelle ou synthétique.



FR 2 782 316 - A1



L'invention concerne un procédé pour purifier de la silice naturelle ou synthétique, et l'application de ce procédé pour déposer de la silice naturelle ou synthétique purifiée sur une préforme de fibre optique, dans lequel une préforme, sensiblement cylindrique et s'étendant dans une direction longitudinale, est mise en rotation sur elle même devant un plasma ou une flamme, qui se déplace en un mouvement de va et vient sensiblement parallèlement à la direction longitudinale de la préforme, et dans lequel un seul conduit d'alimentation nourrit le plasma ou la flamme en grains de silice naturelle ou synthétique.

D'une manière connue, une préforme est obtenue à partir d'un dépôt chimique en phase vapeur, réalisé à l'intérieur d'un tube monté sur un tour verrier, et auquel succède une opération de rétreint pour former une forme pleine.

Pour les fibres multimodes, l'élaboration de préformes est suffisante. En revanche, pour les fibres monomodes, il est avantageux d'ajouter de la matière à la préforme, en général de la silice naturelle ou synthétique, afin d'augmenter son diamètre, et d'obtenir, lors du fibrage, une fibre continue de plusieurs dizaines de kilomètres.

L'apport de matière à la préforme est réalisé au moyen d'une torche à plasma. La préforme, qui a une forme cylindrique, est mise en rotation sur elle même devant la torche dont le plasma est nourri en grains de silice. Les grains sont fondus, puis déposés et vitrifiés sur la préforme. Plusieurs passes sont effectuées pour atteindre le diamètre souhaité.

Le dépôt de silice naturelle ou synthétique présente un inconvénient majeur. Des éléments alcalins comme le sodium ou le lithium, sont présents en proportion non négligeable dans ce type de matériaux, et se retrouvent présents dans les grains déposés, où ils favorisent la formation de liaisons entre le groupement OH et les

éléments dopants, comme le germanium Ge. Ces liaisons absorbent certaines longueurs d'onde, et augmentent les pertes par atténuation de la fibre optique à ces longueurs d'onde.

5 Un des buts de l'invention est de fournir un procédé pour purifier de la silice naturelle ou synthétique.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé pour purifier de la silice naturelle ou synthétique dans lequel, un plasma ou une flamme issu d'un moyen d'apport d'énergie calorifique, est nourri par un conduit d'alimentation, en grains de silice naturelle ou synthétique, caractérisé en ce que le même conduit d'alimentation nourrit le plasma  
10 ou la flamme en un composé fluoré ou chloré, de préférence fluoré, mélangé à un gaz porteur, les conditions d'alimentation dudit conduit étant réglées pour faire réagir des éléments alcalins ou alcalino-terreux contenus dans les grains de silice naturelle ou synthétique,  
15 avec le fluor ou le chlore, de préférence le fluor, du composé fluoré ou chloré, de préférence fluoré.

Un des buts de l'invention est également d'appliquer le procédé pour purifier de la silice naturelle ou synthétique, au dépôt de silice naturelle ou synthétique sur une préforme de fibre optique, le dépôt ne  
20 contenant qu'une très faible quantité d'éléments alcalins ou alcalino-terreux.

A cet effet, l'invention fournit également un procédé pour déposer de la silice naturelle ou synthétique sur une préforme de fibre optique, dans lequel une préforme, sensiblement cylindrique et s'étendant dans une direction longitudinale, est mise en rotation sur  
25 elle même devant un plasma ou une flamme issu d'un moyen d'apport d'énergie calorifique, qui se déplace en un mouvement de va et vient sensiblement parallèlement à la direction longitudinale de la préforme, et dans lequel un conduit d'alimentation nourrit le plasma ou la flamme  
30 en grains de silice naturelle ou synthétique, caractérisé en ce que le

même conduit d'alimentation nourrit le plasma ou la flamme en un composé fluoré ou chloré, de préférence fluoré, mélangé à un gaz porteur, les conditions d'alimentation dudit conduit étant réglées pour faire réagir des d'éléments alcalins ou alcalino-terreux contenus dans les grains de silice naturelle ou synthétique, avec le fluor ou le chlore, de préférence le fluor, du composé fluoré ou chloré, de préférence fluoré. Ledit conduit peut être interne, en amont du panache de plasma, ou bien externe au moyen d'apport d'énergie calorifique, dans le panache de plasma à la sortie de la torche.

Le plasma ou la flamme est le siège d'une réaction chimique où les grains de silice fondus réagissent avec le composé fluoré ou chloré, de préférence fluoré, du gaz porteur. Avantageusement, la température du plasma peut être ajustée pour obtenir un rendement élevé de la réaction, compte tenu des débits des conduits d'alimentation de la silice naturelle ou synthétique et du gaz porteur. Une température plus élevée permet de maintenir un bon rendement de réaction tout en augmentant les débits des conduits d'alimentation.

D'une façon également avantageuse, il est possible de régler la teneur en composé fluoré ou chloré, de préférence fluoré, du gaz porteur, en fonction de la taille moyenne des grains de silice naturelle ou synthétique. Des grains plus petits permettent de maintenir un bon rendement de réaction avec un gaz porteur moins riche en composé fluoré ou chloré, de préférence fluoré.

L'élimination des alcalins dans le dépôt de la silice naturelle ou synthétique permet de recharger la préforme de la fibre optique avec un matériau de départ beaucoup plus économique, surtout dans le cas où la silice est naturelle, que la silice synthétique à très haute pureté, dont le prix de revient environ 5 à 10 fois plus élevé. Le surcoût du traitement chimique reste proportionnellement faible. La qualité de transmission optique de la fibre issue de la préforme rechargée avec

de la silice naturelle ou synthétique, traitée par un composé fluoré ou chloré, de préférence fluoré, est comparable à celle d'une fibre obtenue par recharge de silice synthétique à très haute pureté, et améliorée par rapport à celle d'une fibre issue d'une préforme rechargée avec de la silice naturelle ou synthétique, et non traitée par un composé fluoré ou chloré.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture de la description des figures 1 et 2.

La figure 1 montre de façon schématique les éléments qui sont mis en oeuvre lors de l'application du procédé de purification de silice naturelle ou synthétique au dépôt sur une préforme de fibre optique, dans le cas d'une injection externe des réactifs, dans le panache du plasma en sortie de la torche.

La figure 2 montre de façon schématique les éléments qui sont mis en oeuvre lors de l'application du procédé de purification de silice naturelle ou synthétique au dépôt sur une préforme de fibre optique, dans le cas d'une injection interne des réactifs, en amont du panache de plasma.

Le procédé de purification de silice naturelle ou synthétique permet de déposer sur une préforme de fibre optique, une ou plusieurs couches de silice naturelle ou synthétique ne contenant qu'une quantité négligeable d'éléments alcalins, tels le sodium ou le lithium, ou alcalino-terreux. L'opération de dépôt, appelée aussi recharge, sert à augmenter le diamètre d'une préforme, pour permettre de tirer par fibrage une fibre continue longue de plusieurs dizaines de kilomètres.

Sur la figure 1, le procédé comprend une torche à plasma 3, qui est le moyen d'apport d'énergie calorifique, comprenant des éléments électriques d'induction 5. Une préforme 1 se présentant sous la forme d'un cylindre s'étendant dans une direction longitudinale L, est mise

en rotation sur elle même, comme indiqué par la flèche 7. La torche à plasma 3 se déplace en un mouvement de va et vient sensiblement parallèlement à la direction longitudinale L de la préforme. La rotation de la préforme est assurée par un tour verrier non représenté. Les mandrins du tour actionnent deux tiges de verre, soudées aux deux extrémités de la préforme. Le tour est placé dans une cabine close qui assure la protection contre les rayonnements électromagnétiques, et contre les dégagements gazeux issus de la réaction chimique.

Un conduit d'alimentation 9 apporte dans le plasma des grains de silice naturelle ou synthétique 11. Ces grains résultent, par exemple, du broyage de blocs grossiers de quartz naturel ou de cristal de roche. L'alimentation s'effectue simplement par gravité.

Le conduit d'alimentation 9 reçoit un conduit d'alimentation 13 qui nourrit le plasma, en plus des grains 11, en un gaz 15 qui transporte une proportion donnée de composé fluoré ou chloré, de préférence fluoré. Le conduit d'alimentation est externe à la torche à plasma 3, conduisant les réactifs dans le panache du plasma en sortie de la torche. De préférence, le gaz porteur est l'air. Le composé fluoré est, par exemple, l'hexafluorure de soufre  $\text{SF}_6$ , ou un fréon (marque déposée) généralement choisi parmi ceux autorisés par la réglementation européenne, tel que  $\text{C}_2\text{F}_6$ . Le composé chloré est, par exemple, le chlore  $\text{Cl}_2$ . Une vanne reliée à une armoire à gaz placée à l'extérieur de la cabine, permet de régler le débit du gaz porteur. Une autre vanne reliée à l'armoire à gaz permet de régler la proportion de composé fluoré ou chloré dans le gaz porteur. Le gaz porteur peut être composé uniquement du composé fluoré ou chloré, de préférence fluoré, à l'état pur. Une vanne non représentée, est placée à l'extérieur de la cabine pour permettre de régler le débit d'alimentation des grains 11.

5 Le plasma est le siège d'une réaction chimique entre les grains de silice naturelle ou synthétique et le composé fluoré ou chloré, de préférence fluoré. La température du plasma comprise entre 5000°C et 10000°C, entraîne la fusion des grains de silice naturelle ou synthétique. Les composés fluorés ou chlorés réagissent avec les alcalins tels le sodium ou le lithium présents dans la silice naturelle ou synthétique, et donnent lieu à un dégagement gazeux de fluorure NaF ou LiF, ou de chlorure NaCl ou LiCl.

10 Un bon rendement de la réaction est obtenu dans les conditions opératoires suivantes :

puissance du plasma	: 40 - 100 kW
débit de la silice naturelle ou synthétique	: 0,2 - 5 kg/heure
taille moyenne des grains	: 50 - 600 mm
débit du gaz porteur	: 0 - 15 litre/mn

15 proportion de composé fluoré dans le gaz porteur : 0,3 - 100 %

20 Dans l'exemple précédent, le choix d'une torche à plasma ne retire pas de généralité au procédé, qui peut être mis en oeuvre, par un autre moyen d'apport d'énergie calorifique créant une température supérieure à 1000°C, et notamment par une flamme issue d'un dispositif de combustion.

La figure 2 est semblable à la figure 1, à l'exception de l'alimentation en grains 11 et en gaz 15 qui est interne à la torche à plasma 3, conduisant les réactifs en amont du panache du plasma.

**REVENDECATIONS**

1. Procédé pour purifier de la silice naturelle ou synthétique dans lequel, un plasma ou une flamme (4), issu d'un moyen d'apport d'énergie calorifique (3), est nourri par un conduit d'alimentation (9), en grains de silice naturelle ou synthétique (11), caractérisé en ce que  
5 le même conduit d'alimentation (9), nourrit le plasma ou la flamme (4), en un composé fluoré ou chloré mélangé à un gaz porteur (15), les conditions d'alimentation dudit conduit (9) étant réglées pour faire réagir des éléments alcalins ou alcalino-terreux contenus dans les grains de silice naturelle ou synthétique (11), avec le fluor ou le chlore  
10 du composé fluoré ou chloré.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le composé fluoré ou chloré est fluoré.
3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2 tel que ledit conduit (9) est externe au moyen d'apport d'énergie calorifique (3).
- 15 4. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2 tel que ledit conduit (9) est interne au moyen d'apport d'énergie calorifique (3).
5. Procédé pour déposer de la silice naturelle ou synthétique sur une préforme de fibre optique, dans lequel une préforme (1), sensiblement cylindrique et s'étendant dans une direction  
20 longitudinale (L), est mise en rotation (7) sur elle même devant un plasma ou une flamme (4), issu d'un moyen d'apport d'énergie calorifique (3), qui se déplace en un mouvement de va et vient sensiblement perpendiculairement à la direction longitudinale (L) de la préforme (1), et dans lequel un conduit d'alimentation (9) nourrit le  
25 plasma ou la flamme en grains de silice naturelle ou synthétique (11), caractérisé en ce que le même conduit d'alimentation (9) nourrit le plasma ou la flamme en un composé fluoré ou chloré mélangé à un gaz porteur (15), les conditions d'alimentation dudit conduit (9) étant



réglées pour faire réagir des éléments alcalins ou alcalino-terreux contenus dans les grains de silice naturelle ou synthétique (11), avec le fluor ou le chlore du composé fluoré ou chloré.

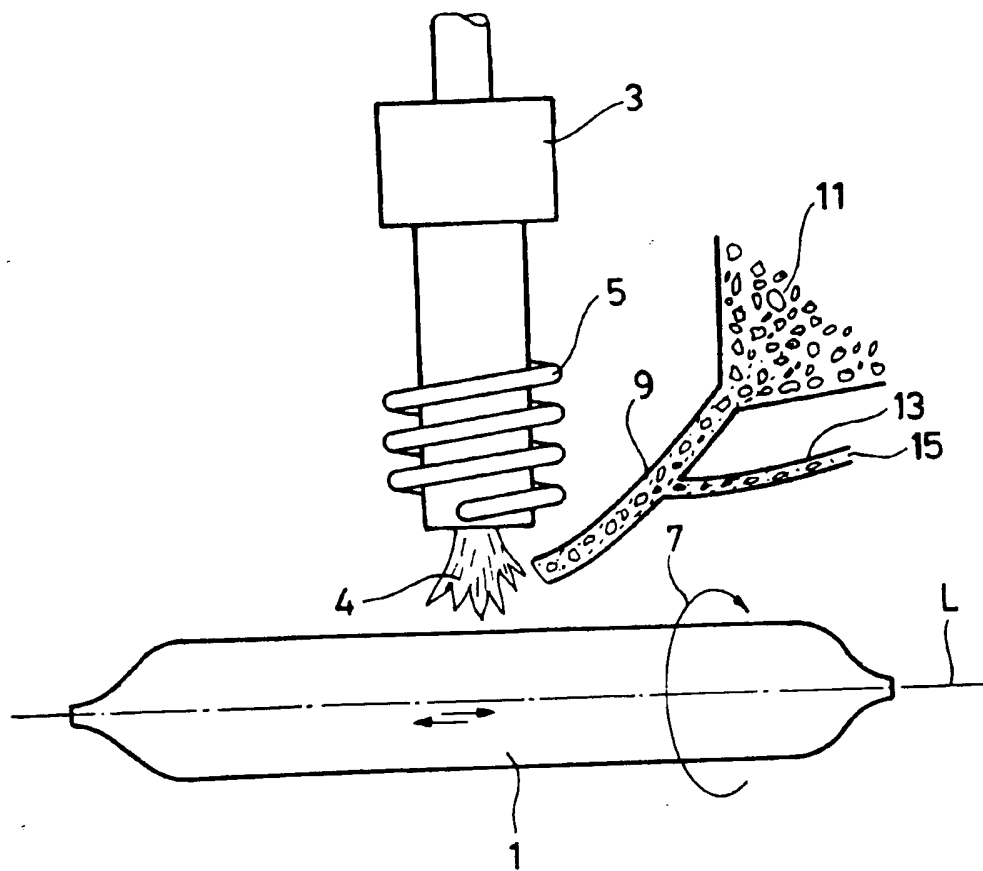
5        6.    Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que le composé fluoré ou chloré est fluoré.

7.    Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2 tel que ledit conduit (9) est externe au moyen d'apport d'énergie calorifique (3).

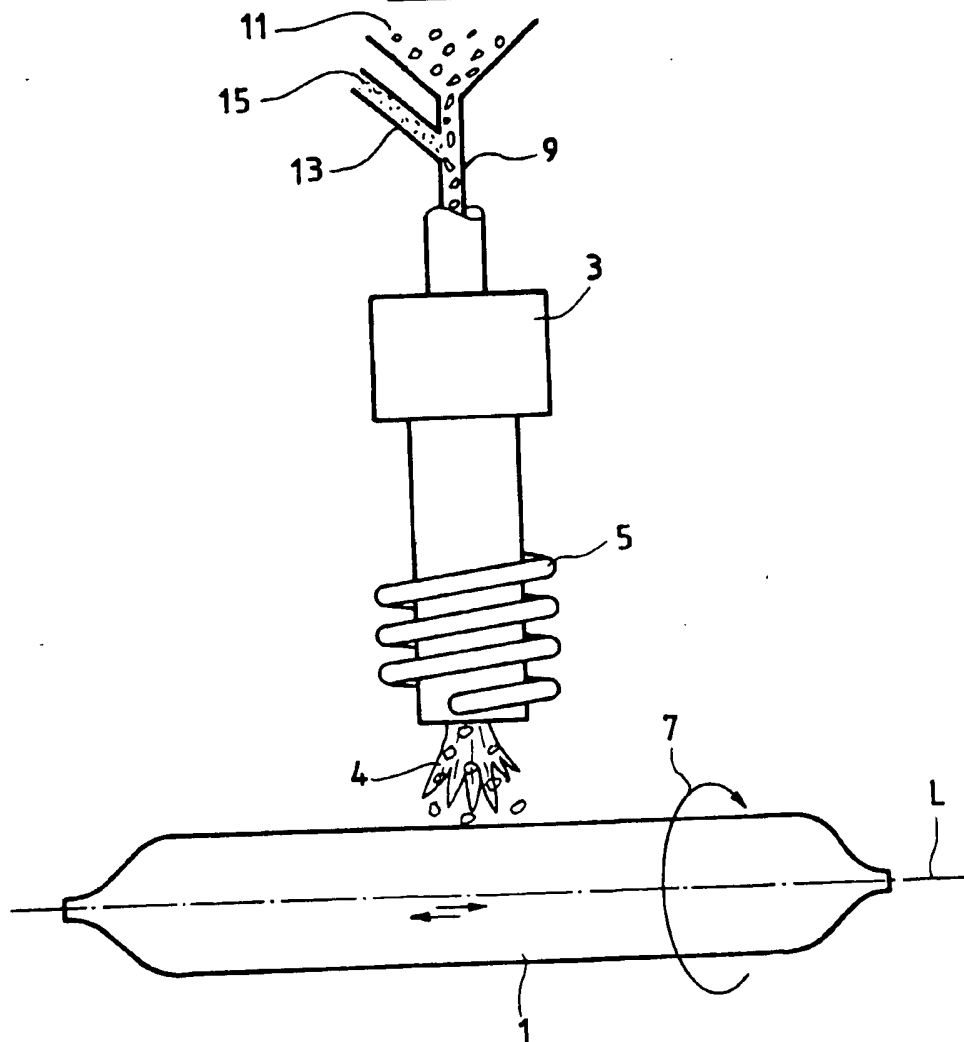
8.    Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2 tel que ledit conduit (9) est interne au moyen d'apport d'énergie calorifique (3).

10      9.    Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, dans lequel le moyen d'apport d'énergie calorifique (3) crée une température supérieure à 1000°C.

1/2

FIG\_1

2/2

**FIG\_2**

REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE

**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FA 562283  
FR 9810464

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	DE 32 06 180 A (LICENTIA PATENT-VERWALTUNGS-GMBH ) 25 août 1983	1-9
Y	* page 9, ligne 7 - page 10, ligne 15; revendications 1,2,6-8,10 *	3,7
Y	* page 10, ligne 8 - ligne 11 *	
Y	M.CARRATT ET AL.: "MCVD-plasma process for manufacturing single-mode optical fibers for terrestrial applications" ELECTRICAL COMMUNICATION, 1 janvier 1994, pages 11-14, XP000445980 * page 11 - page 12; figure 3 *	3,7
X	US 3 128 166 A (W.H.HERAEUS ET AL.) 7 avril 1964 * colonne 2, ligne 10 - ligne 17; figures 1-3 * * colonne 3, ligne 29 - colonne 4, ligne 42 * * colonne 10, ligne 10 - ligne 30 * * colonne 12, ligne 63 - ligne 74 * * colonne 13, ligne 72 - colonne 14, ligne 7 *	1-9
X	GB 2 134 896 A (INT. STANDARD ELECTRIC CORP.) 22 août 1984 * le document en entier *	1,3-5, 7-9
A	EP 0 578 553 A (ALCATEL N.V.) 12 janvier 1994 * revendication 8; exemple 2 *	1,5
A	FR 2 446 264 A (QUARTZ ET SILICE S.A.) 8 août 1980 * le document en entier *	1,5
-/-		
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
29 avril 1999		Stroud, J
<p><b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b></p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>		

1

EPO FORM 1503 03.82 (P04C13)

REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FA 562283  
FR 9810464

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	EP 0 658 520 A (ALCATEL FIBRES OPTIQUES) 21 juin 1995 * colonne 7, ligne 2 - ligne 6; revendications 1,2,6 *	1,5
T	EP 0 863 108 A (ALCATEL ALSTHOM CGE) 9 septembre 1998 * le document en entier *	
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
29 avril 1999		Stroud, J
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>		

1

EPO FORM 1503 03.92 (P04C13)